



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

ULB

Allgemeine Behandlung des Problems der Schichtdickenbestimmung durch Intensitätsmessung

Dosdoğru, Günay
(1965)

DOI (TUprints): <https://doi.org/10.25534/tuprints-00017391>

License:



CC-BY 4.0 International - Creative Commons, Attribution

Publication type: Conference or Workshop Item

Division: 16 Department of Mechanical Engineering

Original source: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/17391>

in eVStB aber da
mit Anmerkungen / Durch-
streichungen

38

Zwischenberichte
zur Sitzung des Technischen Ausschusses
der
Forschungsgesellschaft Druckmaschinen e.V.
am 28. September 1965 in Darmstadt



Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren der
Technischen Hochschule Darmstadt

Institutsleiter: Prof. Dr. Wolfram Eschenbach

Zwischenberichte
zur Sitzung des Technischen Ausschusses
der
Forschungsgesellschaft Druckmaschinen e.V.
am 28. September 1965 in Darmstadt

	<u>Seite</u>
1. Dipl.-Ing.H.Rech: Messung der Farbschichtdicke auf den Walzen einer Versuchsmaschine	1
2. Dipl.-Ing.G.Pfeiffer: Werkstoffeigenschaften von Presseurbelägen	17
3. Dipl.-Ing.G.Dosdogru: Allgemeine Behandlung des Problems der Schichtdickenbestimmung durch Intensitätsmessung	29
4. Dipl.-Ing.H.Göbel: Druckverteilungsmessungen am Tiefdruckwerk	38

Allgemeine Behandlung des Problems der Schicht-
dickenbestimmung durch Intensitätsmessung

Bei allen optischen und interferometrischen Verfahren zur Schichtdickenbestimmung eines beliebigen Stoffes sind einige theoretische Vorbetrachtungen hinsichtlich der optischen Eigenschaften und dem Verhalten dünner Schichten unerlässlich. Die optischen Eigenschaften eines Stoffes können im wesentlichen durch ihre optischen Konstanten erfasst werden. Die optischen Konstanten sind die Brechzahl n und die Extinktions- bzw. Absorptionskonstante K . Da von optischen Konstanten die Rede ist, versteht es sich von selbst, dass diese Konstanten von der Wellenlänge des Lichtes abhängig sind. Die Brechzahl n_B eines Stoffes B ist bekanntlich für den Übergang des Lichtes aus Luft in den Stoff B nach Brechungsgesetz mit

$$n_B = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \text{const.} \quad (1)$$

gegeben, wobei α der Winkel zwischen dem einfallenden Strahl und dem Einfallslot und β der Winkel zwischen dem gebrochenen Strahl und dem Einfallslot ist.

Wenn das Licht beim Durchgang durch eine Schicht von Materie geschwächt wird, braucht man eine zweite Stoffkonstante, die Extinktionskonstante K , die ebenso wie die Brechzahl durch ein Meßverfahren definiert ist.

Unter der Voraussetzung parallelgebündelten, monochromatischen Lichtes und senkrechten Lichteinfall es ergeben die Messungen

(2)

d.h. die Strahlungsleistung $\Delta \dot{W}$, die einem parallel begrenzten Bündel in einer Schicht durch Absorption und Streuung entzogen wird, ist proportional der eindringenden Leistung \dot{W}_1 und der Schichtdicke Δx . Der Proportionalitätsfaktor K wird Extinktionskonstante genannt. Spielt die Streuung neben der Absorption keine Rolle, so spricht man von der Absorptionskonstante.

Kann man hingegen die Absorption neben der Streuung vernachlässigen, so spricht man von der "durch Streuung entstehenden Extinktionskonstanten".

Wenn man sich eine bestimmte Schichtdicke aus dünnen Teilschichten zusammengesetzt denkt und die Absorption der Teilschichten summiert, so ergibt sich

$$\int_{\dot{w}_2}^{\dot{w}_1} \frac{d\dot{w}}{\dot{w}} = \int_0^d K \cdot dx; \text{ also } \ln \dot{w}_1 - \ln \dot{w}_2 = K \cdot d; \dot{w}_2 = \dot{w}_1 \cdot e^{-K \cdot d} \quad (3)$$

Um die Wellenlänge als gegebene Vergleichslänge mit einzuführen, definiert man weiterhin den Extinktionskoeffizienten (im Sonderfall Absorptionskoeffizienten)

$$k = \frac{1}{4\pi} \cdot K \cdot \lambda \quad (4)$$

Ob man die Extinktionsgröße K oder k benutzt, hängt im Einzelfall nur davon ab, welche von beiden die bequemere Formulierung einer Aussage ermöglicht.

Eine nähere Betrachtung der empirischen Gleichung der Extinktionskonstanten K (G/2;3) zeigt, daß für die Bestimmung der Extinktionskonstanten die Schichtdicke d genau bekannt sein muß, oder umgekehrt kann man sagen, daß für die Schichtdickenbestimmung durch Intensitätsmessungen die Extinktionskonstante des betreffenden Stoffes vorher zu bestimmen ist.

Bei den bisherigen Betrachtungen ist aber die Rolle der Brechzahl n bei der Bestimmung der Extinktionskonstanten K oder der Schichtdicke d nicht behandelt worden. Die Bedeutung der Brechzahl n wird sogar beim senkrechten Lichteinfall verständlich (obwohl in diesem Falle in einem optisch homogenen Stoff keine Brechung des senkrechten Lichtstrahles erfolgt), wenn man bedenkt, daß bei der Bestimmung der Extinktionskonstanten an den Ein- und Austrittsflächen der Stoffschicht Reflexionsverluste auftreten, die von der am Strahlungsmesser angezeigten Strahlungsleistung entsprechend abgezogen werden müssen. Das Reflexionsvermögen R eines Stoffes für eine Grenzfläche, im Sonderfall für den senkrechten Lichteinfall, ist nach Fresnel für schwach absorbierende Stoffe wie folgt definiert:

$$R = \frac{\text{reflektierte Strahlungsleistung}}{\text{einfallende Strahlungsleistung}} = \left(\frac{n-1}{n+1} \right)^2 \quad (5)$$

Senkrechte Reflexion an stark absorbierten Stoffen ist durch die Beer'sche Formel gegeben

$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2} \quad (\text{erweiterte Fresnel'sche Formel}) \quad (6)$$

In diesem Fall gehören zu jedem Wert des Reflexionsvermögens R viele Paare der optischen Konstanten n und k . Die Gesamtheit dieser Paare bildet Kreise. Hat man z.B. für einen absorbierenden Stoff zwei von den drei Größen R , n und k gemessen, so läßt sich die dritte mit der Beerschen Formel berechnen. Hierbei muß kurz auf den Unterschied zwischen den schwach- und starkabsorbierenden Stoffen hingewiesen werden. Schwache Absorption liegt vor, wenn $1/k > \lambda$

starke Absorption, wenn $1/k < \lambda$.

Der Kehrwert der Absorptionskonstanten K wird die mittlere Reichweite des Lichtes w genannt $\left(w = \frac{1}{K} \right)$.

Diese Größe hat eine anschauliche Bedeutung. Längs des Weges $w = \frac{1}{K}$ sinkt die Strahlungsleistung eines Parallellichtbündels auf $1/e = 1/2,718 = 37\%$ ab.

Bei schrägem Lichteinfall wird die Behandlung des Problems für die Lichtabsorption in stark absorbierenden Stoffen sehr kompliziert. In diesem Fall ist die Lichtwelle inhomogen und schrägedämpft. Diese Schrägdämpfung der Welle bewirkt, daß die Brechzahl nicht mehr konstant ist, sondern vom Einfallswinkel abhängig. Trotzdem kann man diesen Fall ebenso behandeln wie den senkrechten. Man geht von der entsprechenden Fresnel'schen Formel Gl.(5) für schwache Absorption aus und ersetzt die reelle Brechzahl n durch eine komplexe, ebenso die die Absorption berücksichtigende Brechzahl

$$n' = n - ik \quad (7)$$

Die anschliessenden Berechnungen sind sehr umfangreich und unübersichtlich. Deswegen sollen sie hier nicht weiterverfolgt werden. Beschränkt man sich auf die Reflexionsmessungen bei schrägem Lichteinfall und bestimmt daraus die optischen Konstanten n und k , so gelangt man zu den übersichtlicheren Cauchy'schen Näherungsgleichungen, die ohne nähere Ableitung wie folgt lauten:

$$k = n \cdot \operatorname{tg} 2\psi \quad (8)$$

$$n = \sin \phi \cdot \operatorname{tg} \phi \cdot \cos 2\psi \quad (9)$$

Mit Hilfe dieser zwei Gleichungen kann man die optischen Konstanten n und k bestimmen. Gemessen wird die GröÙe des Haupteinfallswinkels ϕ und $\operatorname{tg} \psi$, d.h. das Verhältnis der beiden beim Haupteinfallswinkel reflektierten Amplituden. Hierbei handelt es sich um eine Polarisationsmessung, also ist monochromatisches und linear polarisiertes Licht die Voraussetzung.

Nach diesen Ausführungen wird es verständlich, daß die beiden optischen Konstanten n und k sowie die Schichtdicke d eng miteinander verknüpft sind, und wenn man n und k kennt, die Schichtdicke bestimmen kann. Diese Zusammenhänge zwischen diesen drei GröÙen werden für sehr dünne Schichten ($m\mu$ -Bereich) sehr kompliziert, da die optischen Konstanten unterhalb einer bestimmten für jeden Stoff charakteristischen sehr dünnen Schichtdicke nicht mehr konstant bleiben, sondern auch von der Schichtdicke abhängig sind. Diese Dickenabhängigkeit der optischen Konstanten für sehr dünne Schichten ist auch stark mit der Wellenlänge des verwendeten Lichtes verknüpft. Z.B. verschwindet für Metalle die Dickenabhängigkeit der optischen Konstanten für genügend weit im ultraviolett liegende Wellenlängen fast vollständig.

Bei der Definition der Extinktionskonstanten K wurde auch die Streuung erwähnt. Im folgenden soll noch kurz auf das Problem der Streuung eingegangen werden.

Streuung tritt auf, wenn kleine Teilchen in einem Stoff bis herab zu Molekülen und Elektronen vom Licht getroffen eine Sekundärstrahlung aussenden. Dabei unterscheidet man zwischen

kohärenter und inkohärenter Streuung. Wenn zwischen der Aufnahme der Strahlungsenergie und der Ausstrahlung von Sekundärwellen keine weiteren die Frequenz oder die Phase verändernden Vorgänge eingeschaltet sind, liegt eine kohärente Streuung vor. Bei der inkohärenten Streuung hingegen sind Phase und Frequenz der Sekundärwellen verändert (z.B. Phosphoreszenz). Für kohärente Streuung hat man als streuende Gebilde zu betrachten: Entweder statistisch ungeordnet verteilte Schwebeteilchen, oder in beliebigen Stoffen winzige statistisch ungeordnet verteilte Gebiete, in denen sich die Anzahlldichte N_v

$$N_v = \frac{\text{Molekülanzahl } m}{\text{Volumen } V} \quad (10)$$

und folglich auch die Brechzahl n von denen der Nachbargebiete unterscheiden.

Wenn die Abmessungen der streuenden Gebilde sehr klein gegen die Wellenlänge des Lichtes sind und durch hinreichend große Abstände zwischen den streuenden Gebilden eine Wechselwirkung untereinander ausgeschlossen wird, spricht man von Rayleigh'scher Streuung. Diese Art Streuung läßt sich quantitativ einfach behandeln. In diesem Fall erfolgt die Streuung symmetrisch in und entgegen der Lichtstrahlung. Ferner ist die durch Streuung entstehende Extinktionskonstante K der Anzahlldichte N_v der streuenden Gebilde proportional und hängt in vielen Fällen in einfacher Weise von der Wellenlänge des Lichtes ab.

Die einfachen Merkmale der Rayleigh'schen Streuung verschwinden, wenn die streuenden Gebilde nicht mehr klein gegenüber der Wellenlänge sind und durch eine große Anzahlldichte der Gebilde eine Wechselwirkung auftritt. Für diese Fälle verschwindet z.B. die Symmetrie der Streustrahlung in Richtung des einfallenden Lichtes. Von der Vorwärtsstreuung gelangt man zur Beugung, wenn vom Licht getroffene Teilchen die Größenordnung der Wellenlänge erreichen. Jedoch soll dieser Fall hier nicht weiterverfolgt werden.

Die Streuung führt zu einer Extinktion des primären Lichtbündels. Die von einer Rayleigh'schen Streuung herrührende Extinktionskonstante ist proportional zu $1/\lambda^4$

$$K = \text{const.} / \lambda^4 \quad (11)$$

Diese Proportionalität findet sich aber experimentell nur als Grenzfall verwirklicht. Die Gl (11) zeigt, daß die Wellenlänge des verwendeten Lichtes sehr stark die Größe der Extinktionskonstante beeinflusst.

Genauso hängt die Brechzahl n von der Wellenlänge der Strahlung ab, wie schon erwähnt wurde. Diese Abhängigkeit wird Dispersion genannt. Die Dispersion ist eng mit der Absorption der Strahlung verknüpft. Diese hängt ihrerseits auch stark von der Wellenlänge ab.

Diese theoretischen Vorbetrachtungen, die auf keinen Fall Anspruch auf Vollständigkeit erheben, sollten zeigen, daß die beiden optischen Konstanten n und k , die Schichtdicke d und nicht zuletzt die Wellenlänge λ unbedingt zusammen behandelt werden müssen, und daß man erst dadurch zu brauchbaren und reproduzierbaren Ergebnissen z.B. bei der Bestimmung der Schichtdicken gelangen kann.

Diese Grundlagen wurden schon zum größten Teil im 19. Jahrh. aufgestellt. Seither haben viele Wissenschaftler, besonders seit der Jahrhundertwende, die optischen Konstanten vieler Stoffe für verschiedene Wellenlängen (organische und anorganische Stoffe, Metalle, Lösungen, Gase usw.) gemessen. Wenn man die chemische Zusammensetzung des Stoffes kennt, findet man in der einschlägigen Literatur genaue Angaben über die Größe der optischen Konstanten für verschiedene Wellenlängen.

Nach diesen Ausführungen erhebt sich die Frage, ob diese Betrachtungen speziell für die Schichtdickenbestimmung der Druckfarben auch von Bedeutung sind. Die erstmalige Bestimmung der optischen Konstanten für Farbstoffe (z.B. Cyanin) ist sehr alt. Für Cyanin hat der Absorptionskoeffizient k bei einer Wellenlänge von $\lambda = 0,6\mu$ (Gelb-Orange Spektralbereich) ein Maximum von $k = 0,716$ bzw. $K = 15000 \text{ mm}^{-1}$. Über die Bestimmung der optischen Konstanten speziell der Druckfarben ist in der verfügbaren Literatur nichts zu finden. Auch Nachfragen bei einigen Druckfarbenherstellern haben ergeben, dass derartige Arbeiten nicht vorliegen. Es liegt wahrscheinlich daran, dass für diese Größen vonseiten der Farb-

verbraucher kein Bedarf vorliegt, zum anderen die komplizierte Struktur der Druckfarbe solche Messungen erschwert. Die Farbpigmente betragen meist weniger als 1μ im Durchmesser, also sind sie im Größenordnungsbereich von Lichtwellenlängen.

Alle Druckfarben bestehen bekanntlich im wesentlichen aus dem Pigment und dem Bindemittel (Firnisse); ferner enthalten sie je nach Druckverfahren verschiedene Trockenstoffe oder sonstige Zusätze, durch die ihnen spezielle Eigenschaften verliehen werden.

Eine getrennte Behandlung der beiden Komponenten der Extinktion, der Streuung und der Absorption, ist für Druckfarben wahrscheinlich unmöglich, da die Farbstoffe oft aus absorbierenden Stoffen bestehen, die bei der Extinktion auch eine Streuung bewirken.

Die Anteile von Streuung und Absorption hängen nach Erfahrungen vieler Wissenschaftler sehr von der Größe der Teilchen ab: Kleine Teilchen streuen sehr wenig, sie schwächen das Licht überwiegend durch Absorption. Das Vorhandensein der Trockenstoffe oder sonstige Zusätze müsste die getrennte Behandlung zusätzlich erschweren, z.B. bei lasierenden Druckfarben ist zu erwarten, daß die Streuung verschwindet, zumindest sehr gering bleibt, da bei einer lasierenden Druckfarbe Pigment und Bindemittel die gleiche Brechungszahl besitzen sollen und durch Pigment entstehende Streuung dadurch zum größten Teil wieder aufgehoben wird.

Trotz vieler meßtechnischer Schwierigkeiten und komplizierten Theorien wird die Bedeutung der bisherigen Betrachtungen verständlicher, wenn man folgende Punkte berücksichtigt:

1. Die vom Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren entwickelte Methode, mit der im Auflicht Farbschichtdicken an einem Versuchsfarbwerk gemessen werden sollen, sieht eine Vielstellenmessung vor. Über die Einzelheiten des Versuchsfarbwerkes und insbesondere über den verwendeten photoelektronischen Aufnehmer wurde von Herrn Dipl.-Ing.Rech berichtet. Wegen der sehr geringen Platzverhältnisse für die Aufnehmer konnten als Lichtquelle nur Miniatur-Glühlampen verwendet werden. Diese Glühlampen haben ca. 15 Stunden Lebensdauer bei Nennstrom. Ausserdem ist die Lichtausbeute leider nicht wie bei den Quarz-Jod-

Lampen konstant über die Lebensdauer, da der Glaskolben, wie bei jeder Glühlampe, mit der Zeit schwarz wird. Um die Lebensdauer zu erhöhen und um mit vornehmlich rotwelligem Licht zu arbeiten, wird die Lampe mit Unterspannung betrieben. Bei einer Eichung einzelner Aufnehmer untereinander ist es unmöglich, daß jede Lampe mit gleicher Unterspannung betrieben wird, da sowohl die Lampen als auch die Phototransistoren Herstellungstoleranzen haben. Verschiedene Unterspannung für jede Lampe bedeutet aber eine Veränderung der spektralen Emissionskurve. Wir haben gesehen, daß die Wellenlänge des verwendeten Lichts eine sehr große Rolle bei der Bestimmung der Schichtdicke spielt. Die Messungen haben ergeben, dass die Absorptionskonstante K bei Glühlicht als Lichtquelle (also kontinuierliches Spektrum) nicht konstant bleibt, sondern sich mit der Schichtdicke ändert. Der Grund ist höchstwahrscheinlich das Fehlen des monochromatischen Lichtes. Bei den sehr kleinen Abmessungen des Aufnehmers ist monochromatisches Licht nur durch Einbau der entsprechenden Monochromat-Filter möglich. Das konnte bis jetzt leider noch nicht geschehen, da diese Art Behandlung des Problems der Schichtdickenbestimmung erst in der letzten Zeit aufgrund einiger Literaturstudien deutlicher geworden ist und wegen der geringen Abmessungen (ca. 6 mm \varnothing) der in Frage kommenden Monochromat-Filter eine spezielle Anfertigung notwendig ist, die noch einige Wochen dauern wird. Auf jeden Fall scheint für eine reproduzierbare Messung an den einzelnen Meßstellen die Bestimmung der Absorptionskonstanten für die jeweils verwendete Farbe unbedingt notwendig zu sein.

2. Die Bestimmung der Absorptionskonstanten für die bei der endgültigen Messung herrschenden Bedingungen (z.B. Einfallswinkel) würde weiterhin die komplizierte und ungenaue Wägung an der Maschine ersparen, da mit Hilfe der Absorptionskonstanten die Schichtdicke aus den Intensitätsmessungen errechnet werden könnte. Somit würden einzelne Eichkurven für jede Meßstelle nicht mehr notwendig sein.

3. Ferner würde man mit der Bestimmung der Absorptionskonstanten der verarbeiteten Farbe für verschiedene Wellenlängen in der Lage sein Extinktionskurven aufzustellen, die wiederum eine sinnvolle

Anpassung der Lichtquelle und des photoelektronischen Elementes ermöglichen. Denn es wird oft behauptet, daß mit einer bestimmten Farbe die besten Ergebnisse erzielt worden sind. Erst nach Aufstellung solcher Extinktionskurven und danach vorgenommener Anpassung der Lichtquelle und des Aufnehmers kann man über eine Farbe sprechen, ob sie bei derartigen Messungen die besten Ergebnisse hinsichtlich der Größe der gemessenen Farbschichtdickenbereiche liefert.

Zuletzt, sei noch bemerkt, daß durch den Einbau der Monochromat-Filter die Intensität der Lichtquelle, die bei den hier vorliegenden Miniaturausführungen sowieso sehr gering ist, um 40 bis 50 % abnimmt, die aber wiederum dank der großen Stromausbeute des verwendeten Phototransistors keine Stromverstärkung notwendig macht.

Zusammenfassung

Im vorliegenden Bericht wurde die Bedeutung der optischen Konstanten für die Schichtdickenmessung nach der Intensitätsmethode dargestellt. Durch diese Überlegungen sind wir mit unserer Meßmethode einen bedeutenden Schritt weitergekommen. Durch die Anwendung des Monochromat-Filters hat das Institut wahrscheinlich das nach dem heutigen Stand der Technik optimale Mittel zur Vielstellenmessung zur Verfügung.

Literaturverzeichnis

- R.W.Pohl, Optik und Atomphysik
Müller-Poulllets, Lehrbuch der Physik (Lehre von der strahlenden Energie)
Jaffe, George, Dispersion und Absorption
Methfessel, S., Dünne Schichten
Hummel, Otto, Farbenmischlehre